

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-302568

(43) 公開日 平成7年(1995)11月14日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 J 37/16				
C 0 1 B 31/02	1 0 1 A			
31/04	1 0 1 A			
H 0 1 J 37/317		Z 9172-5E		
			H 0 1 L 21/ 265	D
			審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 4 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号 特願平6-95365

(22) 出願日 平成6年(1994)5月10日

(71) 出願人 000004455

日立化成工業株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

(72) 発明者 太田 幸次郎

茨城県日立市鮎川町三丁目3番1号 日立

化成工業株式会社山崎工場内

(72) 発明者 鎌田 充志

茨城県日立市鮎川町三丁目3番1号 日立

化成工業株式会社山崎工場内

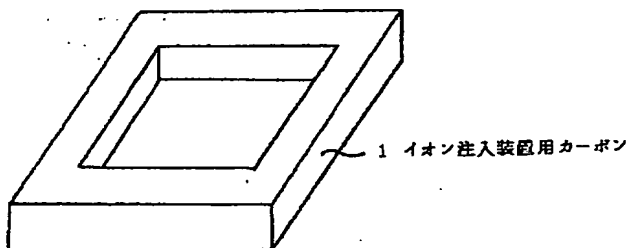
(74) 代理人 弁理士 若林 邦彦

(54) 【発明の名称】 イオン注入装置用カーボン及びその製造法

(57) 【要約】

【目的】 イオン注入工程においてシリコンウェハーに及ぼす悪影響が極めて少なく、安定して使用が可能なイオン注入装置用カーボン及びその製造法を提供する。

【構成】 見掛け密度が $1.70 \sim 1.87 \text{ g/cm}^3$ のガラス状炭素含浸用黒鉛材料を用い、得られる製品のガラス状炭素の含有率が $3.5 \sim 7.0$ 重量%、見掛け密度が $1.85 \sim 1.95 \text{ g/cm}^3$ 及び含有平均気孔率が $0.5 \sim 8\%$ であるイオン注入装置用カーボン並びに上記の黒鉛材料にガラス状炭素となり得る樹脂を含浸した後、硬化、焼成炭化、黒鉛化处理し、所望の形状に加工した後熟処理して高純度精製を行うイオン注入装置用カーボンの製造法。



(2)

1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 見掛け密度が $1.70 \sim 1.87 \text{ g/cm}^3$ のガラス状炭素含浸用黒鉛材料を用い、ガラス状炭素の含有率が $3.5 \sim 7.0$ 重量%、見掛け密度が $1.85 \sim 1.95 \text{ g/cm}^3$ 及び含有平均気孔率が $0.5 \sim 8\%$ であるイオン注入装置用カーボン。

【請求項 2】 請求項 1 の黒鉛材料にガラス状炭素となり得る樹脂を含浸した後、硬化、焼成炭化、黒鉛化処理し、所望の形状に加工した後熱処理して高純度精製を行うことを特徴とするイオン注入装置用カーボンの製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は半導体を製造する工程で使用されるイオン注入装置用カーボン及びその製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】 半導体に不純物をイオンで注入する技術は 1970 年代に工業化された技術であり、現在 LSI をはじめとして多くのシリコン半導体製品などに広く用いられている。半導体デバイスにおけるイオン注入は、シリコンウエハーに目的とする不純物元素をイオン化し数十～数百 eV のエネルギーに加速して打ち込むため、操作中に目的とする元素以外の成分が介在しているとシリコンウエハーに目的以外の不純物が打ち込まれ、初期の性能が得られなくなる危険性が生じる。このため、構成部品は半導体デバイスに対して悪影響を及ぼさない高純度な材料が要求される。

【0003】 イオン注入装置は一般に次のような主要な構成部からなっている。すなわち、目的とする不純物元素を含んだ気体を高密度のプラズマ状態にし、プラズマによりイオンを発生させるイオン源、発生した正イオンを電界により引き出すための引き出し部、引き出したイオンを目的のイオンに選別するイオン分析部、イオンを所定のエネルギーにするため静電界でイオンを加速する加速部、イオンビームを収束する収束部、イオンビームをシリコンウエハーの表面に均一に打ち込むために走査する走査部及びシリコンウエハーにイオンを打ち込むイオン打ち込み室から構成されている。これらの各部は高純度を保持し、かつ異物の混入を防止するために材質及び構造上の工夫がなされているが、中でもイオン源及び走査部は高エネルギーのイオンが衝突するため構成材料からの不純物、異物等が混入し易く他の材料より配慮が必要である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 現在、イオン源及び走査部には容易に高純度が可能な黒鉛材料が用いられている。しかしながら黒鉛材料はコークスなどの微粒子の集合体であるため、イオンビームでスパッタリングされた場合、微細な異物が混入し、シリコンウエハー上に付着

2

して結果的に製品の歩留りを悪くし、発展する半導体デバイスの要求に対応することができない。

【0005】 本発明はイオン注入工程においてシリコンウエハーに及ぼす悪影響が極めて少なく、安定して使用が可能なイオン注入装置用カーボン及びその製造法を提供するものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らはかかる現状に鑑み、従来公知の黒鉛材料について種々検討した結果、黒鉛材料はピッチなどの結合材とコークスなどの微粉とを混練した後、粉碎、成形、焼成炭化、さらに黒鉛化を行って得られるが、コークスなどの微粒子の集合体は組織上極めて結合力が弱くイオンビームでスパッタした場合、比較的容易に異物が発生することが確認された。そこで本発明者らは該組織上弱い結合力を補う方法を鋭意検討した結果、ガラス状炭素をコークスなどの微粒子の集合体の組織中に含浸することにより結合力を向上させることが出来ることを見だし本発明を完成するに至った。

【0007】 本発明は見掛け密度が $1.70 \sim 1.87 \text{ g/cm}^3$ のガラス状炭素含浸用黒鉛材料を用い、ガラス状炭素の含有率が $3.5 \sim 7.0$ 重量%、見掛け密度が $1.85 \sim 1.95 \text{ g/cm}^3$ 及び含有平均気孔率が $0.5 \sim 8\%$ であるイオン注入装置用カーボン並びに上記の黒鉛材料にガラス状炭素となり得る樹脂を含浸した後、硬化、焼成炭化、黒鉛化処理し、所望の形状に加工した後熱処理して高純度精製を行うイオン注入装置用カーボンの製造法に関する。

【0008】 本発明においてガラス状炭素となり得る樹脂を含浸する前の黒鉛材料の見掛け密度は、 $1.70 \sim 1.87 \text{ g/cm}^3$ 、好ましくは $1.75 \sim 1.87 \text{ g/cm}^3$ 、より好ましくは $1.80 \sim 1.87 \text{ g/cm}^3$ の範囲とされ、 1.70 g/cm^3 未満であると含浸回数を多くしなければならないため時間を費やすと共に十分に含浸されない部分が生じ異物の発生が増大する。また 1.87 g/cm^3 を越えると組織中の気孔径が小さいためガラス状炭素が黒鉛材料の中心部まで含浸されず、使用中に異物の発生が増大する。なお黒鉛材料としては特に制限はなく従来公知のものが用いられる。

【0009】 また得られる製品（イオン注入装置用カーボン）は、ガラス状炭素の含有率が $3.5 \sim 7.0$ 重量%、見掛け密度が $1.85 \sim 1.95 \text{ g/cm}^3$ 及び含有平均気孔率が $0.5 \sim 8\%$ の範囲とされ、ガラス状炭素の含有率が 7.0 重量%を越えた場合、見掛け密度が 1.95 g/cm^3 を越えた場合及び／又は含有平均気孔率が 0.5% 未満であるといわずらに含浸回数を費やすだけで手間がかかり、またガラス状炭素の含有率が 3.5 重量%未満、見掛け密度が 1.85 g/cm^3 未満及び／又は含有平均気孔率が 8% を越えると含浸量が少なく、気孔率が大であるため使用中に異物の発生が増大す

(3)

3

る。

【0010】本発明におけるガラス状炭素の含有率とは黒鉛材料に含浸されたガラス状炭素の量を重量%で示したものである。また含有平均気孔率とはJIS-R-7212に準じる方法より求めた値である。さらに以下の実施例に示される平均気孔径とは水銀ポロシメータにより1cm²中に含まれる気孔の平均径から求めた値である。

【0011】ガラス状炭素となり得る樹脂としては、フェノール樹脂、フラン樹脂、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、メラミン樹脂、アルキッド樹脂、キシレン樹脂等の一種以上が用いられるが、本発明においてはフェノール樹脂を用いることが好ましい。

【0012】イオン注入装置用カーボンの製造工程における硬化、焼成炭化、黒鉛化処理、加工、熱処理等については特に制限はなく、従来公知の方法で行われる。また含浸については減圧下で行えば黒鉛材料中の空気などを十分に排除することができ含浸効果に優れるので好ましい。なお減圧下における真空度については特に制限はない。本発明においては必要に応じ予備加熱して水分などを除去してもよい。

【0013】

【実施例】以下発明の実施例を説明する。

実施例1

見掛け密度が1.81g/cm³、電気比抵抗が12μΩm、曲げ強さが53MPa、含有平均気孔率が11%及び平均気孔径が0.1μmの特性を有する人造黒鉛材料

(日立化成工業製、商品名PD-600)を所望の形状に加工した後、デシケータに入れ真空度20Torr以下の減圧下でメタノールを用いて樹脂分を55重量%に調整したフェノール樹脂(日立化成工業製、商品名V P-11N)の含浸を10分間行った。該含浸品を乾燥機に入れ160℃まで昇温し、12時間保持して硬化を行った後、環状炉に入れ窒素気流中で1100℃まで昇温し、5時間保持して焼成炭化を行った。さらに、2800℃まで昇温し、6時間保持して黒鉛化処理を行った。含浸から黒鉛化処理までの作業を3回繰り返した後、外側の寸法が縦110×横80mm、内側の寸法が縦50×横45mm及び高さ(高さ)4mmに加工し、次いで2500℃の温度で熱処理して高純度精製を行い図1に示すようなガラス状炭素含浸カーボン製のイオン注入装置用カーボン1を得た。

【0014】実施例2

実施例1の人造黒鉛材料に代えて見掛け密度が1.75g/cm³、電気比抵抗が13μΩm、曲げ強さが40MPa、含有平均気孔率が15%及び平均気孔径が2.6μmの特性を有する人造黒鉛材料(日立化成工業製、商品名PD-620)を用いた以外は、実施例1と同様のフェノール樹脂を用い、実施例1と同様の工程を経てイオン注入装置用カーボンを得た。

4

【0015】実施例3

実施例1で用いたフェノール樹脂にアセトンとメタノールの混合溶媒(重量比でアセトン50:メタノール50)を加えて樹脂分を30重量%とした以外は実施例1と同様の人造黒鉛材料を用い、実施例1と同様の工程を経てイオン注入装置用カーボンを得た。

【0016】実施例4

実施例1で用いたフェノール樹脂を攪拌機を備えた容器に入れ、この容器を30℃に保持したウォーターバス中に入れ攪拌しながら溶媒を蒸発させて樹脂分を65重量%とした以外は実施例1と同様の人造黒鉛材料を用い、実施例1と同様の工程を経てイオン注入装置用カーボンを得た。

【0017】実施例5

平均粒径が10μmのコークス粉100重量部と結合材ピッチ45重量部とを混練した混練物を粉碎機で平均粒径が20μmになるよう粉碎し、次いで100MPaの圧力で成形した後、焼成炉に入れ1000℃まで昇温し、5時間保持して焼成し、さらに2800℃まで昇温し、6時間保持して黒鉛化を行い黒鉛材料を得た。得られた黒鉛材料は見掛け密度が1.87g/cm³、電気比抵抗が11μΩm、曲げ強さが52MPa、含有平均気孔率が10.6%及び平均気孔径が1.0μmであった。

【0018】次に上記で得た黒鉛材料を所望の形状に加工した後、デシケータに入れ、真空度20Torr以下の減圧下で実施例1と同様のフェノール樹脂を用いて含浸を行った。以下実施例1と同様の工程を経てイオン注入装置用カーボンを得た。

【0019】比較例1

平均粒径が10μmのコークス粉100重量部と結合材ピッチ45重量部とを混練した混練物を粉碎機で平均粒径が20μmになるよう粉碎し、次いで70MPaの圧力で成形した後、焼成炉に入れ1000℃まで昇温し、5時間保持して焼成し、さらに2800℃まで昇温し、6時間保持して黒鉛化を行い黒鉛材料を得た。得られた黒鉛材料は見掛け密度が1.68g/cm³、電気比抵抗が21μΩm、曲げ強さが32MPa、含有平均気孔率が26%及び平均気孔径が3.1μmであった。

【0020】次に上記で得た黒鉛材料を所望の形状に加工した後、デシケータに入れ、真空度20Torr以下の減圧下で実施例1と同様のフェノール樹脂を用いて含浸を行った。以下実施例1と同様の工程を経てイオン注入装置用カーボンを得た。

【0021】比較例2

平均粒径が10μmのコークス粉100重量部と結合材ピッチ60重量部とを混練した混練物を粉碎機で平均粒径が20μmになるよう粉碎し、次いで110MPaの圧力で成形した後、焼成炉に入れ1000℃まで昇温し、5時間保持して焼成し、さらに2800℃まで昇温し、6時間保持して黒鉛化を行い黒鉛材料を得た。得られた

(4)

5

黒鉛材料は見掛け密度が 1.89 g/cm^3 、電気比抵抗が $10 \mu\Omega\text{m}$ 、曲げ強さが 47 MPa 、含有平均気孔率が 8% 及び平均気孔径が $1.1 \mu\text{m}$ であった。

【0022】次に上記で得た黒鉛材料を所望の形状に加工した後、デシケータに入れ、真空度 20 Torr 以下の減圧下で実施例 1 と同様のフェノール樹脂を用いて含浸を行った。以下実施例 1 と同様の工程を経てイオン注入装置用カーボンを得た。

【0023】次いで各実施例及び各比較例で得たイオン*

6

* 注入装置用カーボンは大電流イオン注入装置の走査部に取付け、その中央部をイオンビームが通過するようにした。その後シリコンウエハーへのイオン注入を行い、LSI を製造してイオン注入装置用カーボンの性状を従来品と共に比較した。その比較データを表 1 に示す。表 1 において素材見掛け密度とはガラス状炭素となり得る樹脂を含浸する前の黒鉛材料の見掛け密度のことである。

【0024】

【表 1】

表 1

	素材見掛け 密度 (g/cm^3)	性 状			
		見掛け密度 (g/cm^3)	ガラス状 炭素含浸率 (重量%)	含有平均 気孔率 (%)	製品歩留り (%)
実施例 1	1.81	1.90	5	3	78
実施例 2	1.75	1.90	5	3	75
実施例 3	1.81	1.85	3.5	8	65
実施例 4	1.81	1.95	7	0.5	80
実施例 5	1.87	1.94	4	0.3	68
比較例 1	1.68	1.90	10	11	48
比較例 2	1.89	1.91	1	0.1	46
従来品 *	1.81	1.81	—	12	45

* 従来品は実施例 1 で用いた黒鉛材料の性状を示した。

【0025】表 1 に示されるように、本発明の実施例になるイオン注入装置用カーボンの性状は、比較例のイオン注入装置用カーボン及び従来の黒鉛材料の性状に比較して LSI の歩留りが優れていることが示される。

【0026】

【発明の効果】本発明によればイオン注入を行う工程においてシリコンウエハーに及ぼす悪影響が極めて少なく安定して使用が可能なイオン注入装置用カーボンを得る

ことが可能となり、半導体デバイスの生産を効率よく行うことが出来本発明は工業上極めて有益である。

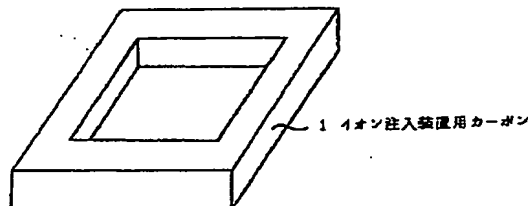
【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の実施例になるイオン注入装置用カーボンの斜視図である。

【符号の説明】

1 イオン注入装置用カーボン

【図 1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

H 0 1 L 21/265

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所